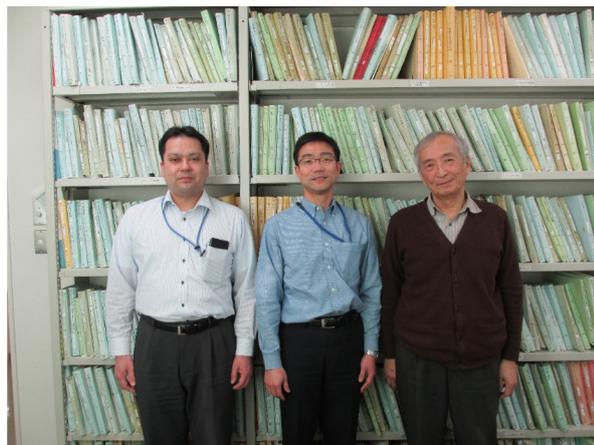


文部科学省ナノテクノロジープラットフォーム 平成 30 年度秀でた利用成果 広帯域波長掃引パルス量子カスケードレーザの開発

浜松ホトニクス株式会社 杉山 厚志, 大河原 悟
東北大学 戸津 健太郎, 森山 雅昭, 江刺 正喜



(左) 浜松ホトニクス 大河原 悟, 杉山 厚志
(右) 東北大学 森山 雅昭, 戸津 健太郎, 江刺 正喜



1. ビーム指向性をもった赤外分光器

ナノテクノロジープラットフォーム事業の支援を受けて、波長掃引パルス量子カスケードレーザ (Quantum Cascade Lasers ; QCLs) を開発した。この製品は分光機能を備えた中赤外レーザと言い換えることができる。この章の表題は新製品のキャッチコピーである。これまでの赤外分光の主役は FTIR であり、干渉計を使った分光技術は成熟の域に達している。高い S/N の計測データを安定して提供し、様々な分野で活躍している [1][2]。しかしながら、一般的な FTIR の計測では対象物を測定室に入れて測定する必要がある。測定窓に近接させて測定する ART 法もあるが、やはり対象物との位置関係において制約がある。これが赤外分光の現場への適用を妨げる要因となっており、FTIR の現場適用は限られた分野に留まっている。波長掃引パルス QCL はこの弱点を見事に補っている。レーザによるビーム指向性をもっているため、測定対象物へのアクセス性には大きな自由度を発揮する。また、本光源の分光機能は MEMS 回折格子によって実現していることから、波長掃引速度はおおよそ 1.8kHz に達し、計測スループットを飛躍的に高速化することにつながる。この“測定対象物へのアクセス性”と“計測スル-

プットの高速化”が医療、創薬、製造などの現場での赤外分光の実用化に強力な一手になると信じている。



2. 開発の背景

中赤外領域 (波長 $4\mu\text{m}$ から $16\mu\text{m}$) を発振波長とする半導体レーザである量子カスケードレーザは、様々な分子の基本振動に由来する強い吸収線に一致した発振波長を有するため、レーザ分光法を用いた極微量ガス分析への産業応用が進んでいる [3][4]。浜松ホトニクスではガス分析用中赤外光源として、分布帰還型 (Distributed Feedback, DFB) 量子カスケードレーザの開発、製造、販売を手掛けている。DFB 型 QCL はペルチェ素子などの温度制御デバイス上に搭載して動作させ、その駆動温度により発振波長を制御することが可能である。例えば、発振波長 $4.56\mu\text{m}$ (L12004-2190H-C) では最大で 10nm 程度の発振波長の制御が可能であるが、製品仕様上シングルモードが保障される範囲はさらに狭い波長域に制限される。そのため、これらを用いて分光分析する場合は、ターゲットガス成分毎にその波長に適合した DFB 型 QCL を用意する必要がある。グルコースなどの生体物質やプラスチック物質など、ブロードな吸収帯を有する物質の

分析にはベースライン計測用のDFB型QCLと吸収ピーク計測用のDFB型QCLの2つを用意しなければならない[5]。当然のことながら、単一光源でより広い波長範囲の吸収分光データの取得を実現したいという要求がうまれる。浜松ホトニクスではこうした要求に応えるため、広帯域波長を発振可能な二重上位順位型の量子カスケードレーザを開発し、これを用いて外部共振器を構成することで広い波長範囲の掃引を実現した。さらに、光源の小型化、高速掃引を実現するためMEMS回折格子の開発にも取り組み、このMEMS回折格子の開発においてナノテクノロジープラットフォーム事業の支援を頂いた。

3. ナノテクノロジープラットフォーム事業の利用

MEMS回折格子の作製プロセスで最も重要な点は回折格子を設計通り、均一性良く作製することである。開発当初、シリコンプロセスにより回折格子を作製する方法としてレーザ描画によるグレースケール露光とドライエッチングによる形状転写技術と、ナノインプリント法の2つを考えた。東北大学マイクロシステム融合研究開発センターはこの両技術について豊富な実績があった上[6]、プロセスの全工程を完了できる設備を完備していた。我々のグループは半導体レーザを開発、製造する設備を保有していたが、GaAsとInPを対象とした装置であり、シリコンを処理できる装置ではない。このような立場からナノテクノロジープラットフォーム事業と同施設

は、製品開発の可能性を広げる貴重な存在であった。近年、技術が進展するスピードは益々加速し、新しい製品・技術開発に許される期間は短縮化している。この流れは今後より一層加速するものと思われる。半導体関連の製品開発には設備導入の負担が非常に大きい。多様化する製品に対応させることも容易ではない。少量試作に対応する受託メーカーも少なくなってきた。このような中、自由度の大きい共用設備の存在はより重要になると考えている。

4. 波長掃引パルス量子カスケードレーザの開発

開発した波長掃引パルス量子カスケードレーザの光学系を図1に示す。リトロ型外部共振器構造を採用した。小型で、広い波長範囲を高速掃引可能な外部共振器レーザ光源を実現するにはいくつかの要素技術の開発が必要である。ここでは、3つの要素技術開発について紹介する。

4.1 量子カスケード利得媒質の開発

外部共振器レーザで広帯域波長掃引を実現するためには、広い波長範囲の利得を有する媒質が必要となる。これに対し我々は、2つの発光上位準位を用いる結合二重上位準位構造(dual upper state design, DAU)を開発した。1 μ m以上の利得波長帯域を持つばかりでなく、1000K以上の特性温度を有するなど、非常に優れたレーザ特性が

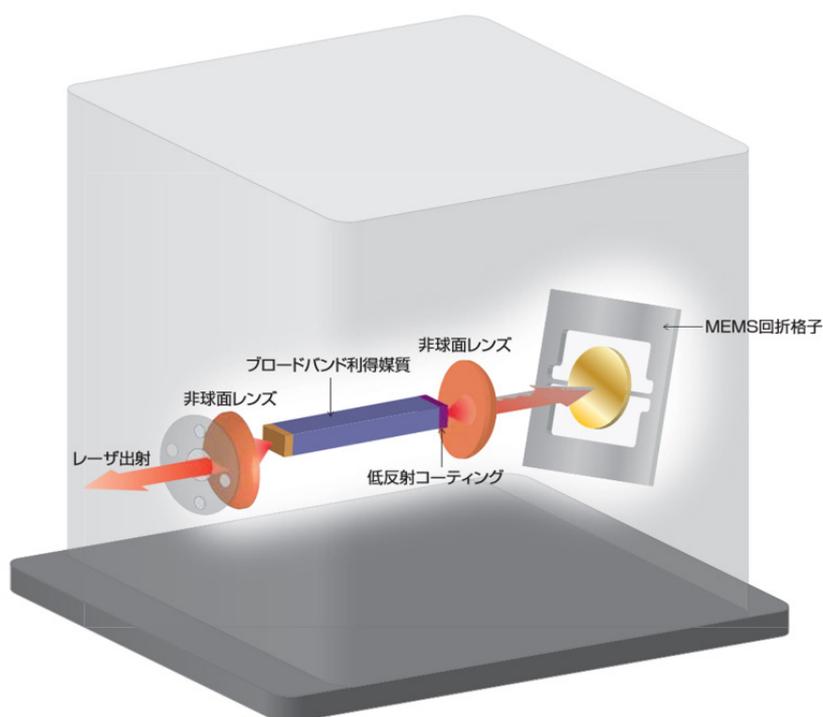


図1 波長掃引QCLの光学系

確認されている [7][8][9].

4.2 低反射コーティング技術の開発

これを外部共振器用利得媒質として用いるには、レーザ端面の低反射化が重要である。しかしながら、中赤外領域において信頼性の高い低反射膜を形成することは容易ではない。耐熱性、耐湿性を満足しつつ、応力に勝る密着力を確保しなければならない。さらに、中赤外領域において光吸収の少ない材料は限られる。高屈折率材として Ge, Si, 中間屈折率材として ZnS, ZnSe, これらに加えて絶縁性、密着性を確保するための酸化物、低反射帯域を広げるための低屈折率材として各種フッ化物が用いられ、多層膜として形成される。以上の設計要件を考慮して、レーザ端面の反射率を波長帯域 $1\mu\text{m}$ 以上にあたって 0.5% 以下にする技術を確認した。

4.3 MEMS 回折格子の開発

光源を小型化するために、MEMS 回折格子の開発に取

り組んだ。本光源の実現には光学系の都合上、 $5\text{mm}\phi$ の回折格子面積が要求される。一般的な MEMS ミラーと比較するとかなり大きなミラーを駆動させなければならない。さらに、波長 $10\mu\text{m}$ 付近まで波長を掃引するためには $200/\text{mm}$ 以下の回折格子密度が必要となる。例えば、回折格子密度 $100/\text{mm}$ を用いて波長 $8\mu\text{m}$ から $10\mu\text{m}$ まで掃引するためには約 8 度の機械傾斜角を変化させなければならない。これらの要求を満たすために、比較的容易に大きな駆動力を発生できる電磁アクチュエータ型を採用した。

図 2 は開発した MEMS 回折格子の構造で、電磁アクチュエータ型 1 次元 MEMS ミラーのミラー面に回折格子を形成したものである。ミラーは円形で $5\text{mm}\phi$ である。図 3 に、プロセスの概要を示した。はじめに、電磁コイルを Cu ダマシン構造として作製し、配線プロセスを経て最上層にナノインプリント法で回折格子を形成する。高い回折効率を得るために回折格子形状はブレード形状とした。図 4 に回折格子パターンニング後の断面 SEM 像を示す。最後に、ドライエッチングより貫通プロセスを施し、デバイスが完成する。図 5 に、開発した MEMS 回折格子の周波

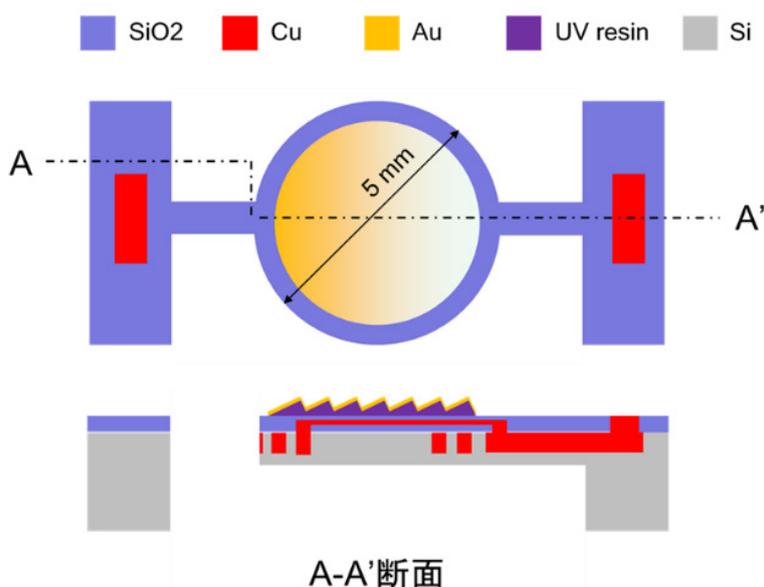


図 2 MEMS 回折格子のデバイス構造

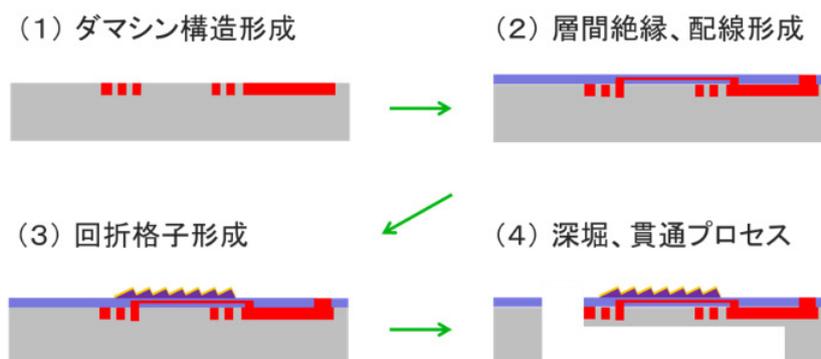


図 3 MEMS 回折格子の作製工程

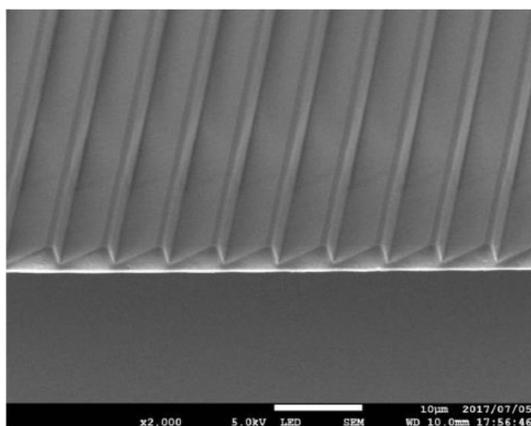


図4 ブレーズ回折格子のSEM像

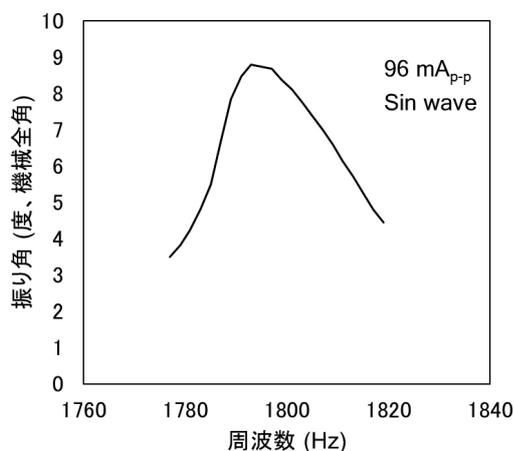


図5 MEMS 回折格子の周波数特性

数特性を示す。共振周波数はおよそ 1.8kHz に達し、約 9 度の機械傾斜全角を得た。駆動コイルと回折格子をウェハの同一面上に形成することで、5mmφの比較的大きなミラー径にもかかわらず、高い共振周波数と大きな機械傾斜角を両立することができた。



5. 波長掃引パルス量子カスケードレーザと分光応用

製品化した波長掃引パルス量子カスケードレーザ L14890-09 の仕様を表 1 に示す。図 6 は製品外観であり、片手に収まる大きさに仕上がった。波長掃引範囲は利得媒質の利得領域に制限されるが、200cm⁻¹以上の掃引範囲を達成した。これを用いて、ポリスチレンフィルムの分光実験データを FTIR のデータと比較して図 7 に示した。利得領域の両端は S/N が低下するが、中央 200cm⁻¹程度の帯域では FTIR と比較しても遜色ないデータが得られている。波長 7μm 帯試作品を光源としてメタンガスの吸収分光実験を行った結果を図 8 に示す。発振スペクトル線幅は半値幅 1.5cm⁻¹程度であり、それと同程度の吸収線分解能を発揮できていることが分かった。

表 1 L14890-09 の仕様

項目	仕様値 (typ.)
中心波長	9.3 μm
波長掃引幅	200 cm ⁻¹
光パルス出力	600 mW
発振線幅	1.5 cm ⁻¹
波長掃引周波数	1.8 kHz

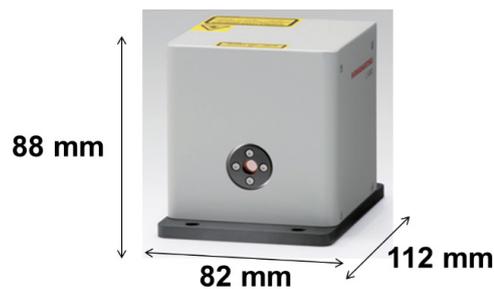


図6 L14890-09 の外観

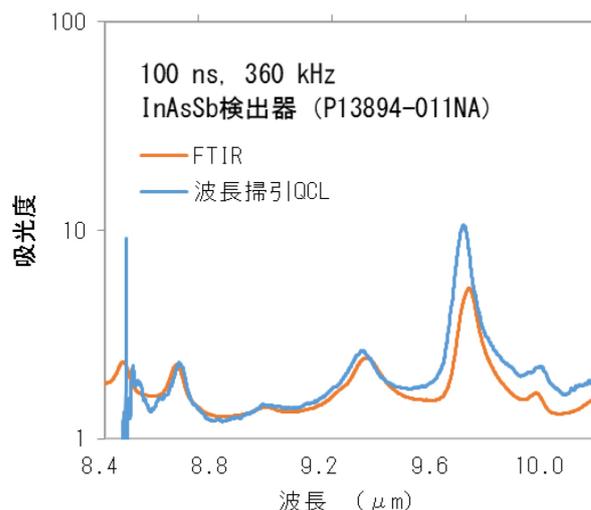


図7 ポリスチレンフィルムの吸収分光計測

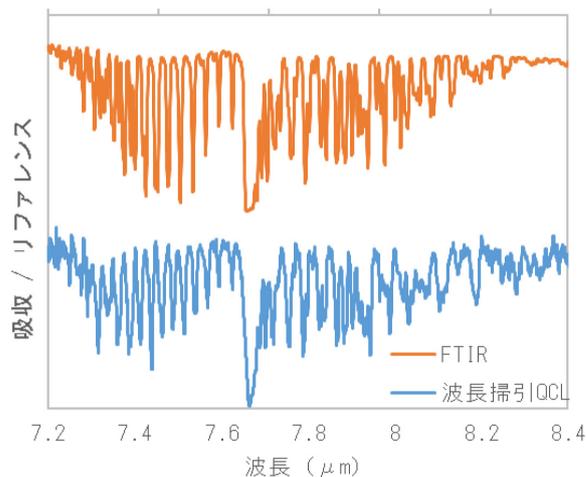


図8 メタンガスの吸収分光計測



6. まとめ

量子カスケード構造利得媒質と MEMS 回折格子を組み合わせて、リトロ型外部共振器を構成し、波長掃引パルス量子カスケードレーザを開発し製品化した。MEMS 回折格子はミラー構造を最適化することで $\phi 5\text{mm}$ の大面積と高い共振周波数を両立した。また、中赤外領域において十分な波長掃引範囲を実現できる振り角特性を確認した。この波長可変光源を用いて吸収分光実験を行い、広い波長範囲の吸収分光データを、高速かつ高い分解能で取得できることを実証した。



7. 謝辞

MEMS 回折格子の開発はナノテクノロジープラットフォーム事業（東北大学 微細加工プラットフォーム）の支援を受けて実施されました。東北大学マイクロシステム融合研究開発センターの江刺教授、戸津准教授、森山助教、および研究員の皆様に感謝致します。また、共同研究者の大河原氏には幾度となく仙台へ出張してもらい、時には2週間以上滞在して試作に取り組んでもらうこともありました。その他多くの社内外の多大なる協力があって、試作開始から2年間という短期間で製品化に資するレベルに達することができました。ここにすべての関係者に対して感謝の意を表します。



参考文献

[1] Agilent technologies Web site, "FTIR アプリケーション"

ン" <https://www.chem-agilent.com/appnote/product.php> (accessed Feb. 27, 2019).

- [2] 島津製作所 Web site, "FTIR アプリケーションデータ・技術資料" <https://www.an.shimadzu.co.jp/ftir/support/lib/index.htm> (accessed Feb. 27, 2019).
- [3] A.A.Kosterev and F.K.Tittle : "Chemical sensors based on quantum cascade lasers" IEEE J.Quantum Elec. 38 (2002) 582.
- [4] 枝村忠孝, 秋草直大, 杉山厚志, 落合隆英, 藤田和上, 山西正道, 菅博文 : 「DFB 量子カスケードレーザとその分光応用」, レーザー研究 36 (2008) 75
- [5] 松浦祐司, 応用物理 第 87 卷 第 3 号 (2018)
- [6] K. Totsu, K. Fujishiro, S. Tanaka and M. Esashi : "Fabrication of three-dimensional microstructure using maskless gray-scale lithography", Sensors and actuators. A, Physical Vol. 130-131, pp. 387-392 (2006)
- [7] K. Fujita, M. Yamanishi, and T. Edamura : "Extrremely temperature-insensitive continuous-wave quantum cascade lasers", Appl. Phys. Lett. 101, 181111 (2012)
- [8] T. Dougakiuchi, K. Fujita, A Sugiyama and T. Edamura : "Broadband tuning of continuous wave quantum cascade lasers in long wavelength ($>10 \mu\text{m}$)", Opt. Express Vol. 22, No. 17, pp. 19930-19935 (2014)
- [9] K. Fujita, T. Dougakiuchi, and M. Yamanishi : "Broad-gain ($\Delta\lambda/\lambda_0 \sim 0.4$), temperature-insensitive ($T_0 \sim 510\text{K}$) quantum cascade lasers", Opt. Express Vol. 19, pp. 2694-2701 (2011)

(浜松ホトニクス株式会社 化合物材料センター

杉山 厚志)



【お問い合わせ】

微細加工プラットフォーム

東北大学

☎ 022-229-4113

E-mail shisaku-info@ml.tohoku.ac.jp

ホームページ

<http://cints-tohoku.jp/>